

DIALOG(R)File 345:Inpadoc/Fam.& Legal Stat

(c) 2002 EPO. All rts. reserv.

11900434

Basic Patent (No,Kind,Date): JP 6204132 A2 940722 <No. of Patents: 001>

FORMING METHOD AND FORMING EQUIPMENT OF CRYSTAL FILM (English)

Patent Assignee: SHARP KK

Author (Inventor): NAKATANI YOSHIKI; ITO MASATAKA; TSUCHIMOTO SHUHEI

IPC: \*H01L-021/20; H01L-021/324

Derwent WPI Acc No: \*C 94-274500; C 94-274500

JAPIO Reference No: \*180556E000034; 180556E000034

Language of Document: Japanese

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applic No	Kind	Date
<b>JP 6204132</b>	A2	940722	JP 92347455	A	921228 (BASIC)

Priority Data (No,Kind,Date):

JP 92347455 A 921228

DIALOG(R)File 347:JAPIO

(c) 2002 JPO & JAPIO. All rts. reserv.

04733132    \*\*Image available\*\*

FORMING METHOD AND FORMING EQUIPMENT OF CRYSTAL FILM

PUB. NO.:    06-204132 [JP 6204132 A]

PUBLISHED:    July 22, 1994 (19940722)

INVENTOR(s): NAKATANI YOSHIKI

ITO MASATAKA

TSUCHIMOTO SHUHEI

APPLICANT(s): SHARP CORP [000504] (A Japanese Company or Corporation), JP  
(Japan)

APPL. NO.:    04-347455 [JP 92347455]

FILED:        December 28, 1992 (19921228)

INTL CLASS:    [5] H01L-021/20; H01L-021/324

JAPIO CLASS:  42.2 (ELECTRONICS -- Solid State Components); 45.4  
(INFORMATION PROCESSING -- Computer Applications)

#### ABSTRACT

PURPOSE: To obtain a crystal film of large grain diameter in a short time, by changing energy necessary to crystallization, according to the degree of crystallization of a non-single crystal film on a substrate.

CONSTITUTION: By measuring the optical constants of a non-single crystal film on a substrate 11, the degree of crystallization of the non-single crystal film on the substrate 11 is obtained, and the energy necessary to crystallization is changed, according to the degree of crystallization of the non-single crystal film on the substrate 11. Values of the real part (n) and the imaginary part (k) of a complex refractive index are desirably observed as the monitor of crystal growth of a non-single crystal film. By processing the change of values of (n) and (k), the change of each process of crystal growth is obtained, and supply of energy necessary to crystal growth is controlled so as to conform to crystal growth of a non-single crystal film. Thereby process temperature is changed, and the film is effectively processed at the optimum temperature in each growth process. Hence a polycrystalline film of large grain diameter can be obtained in a short time.

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-204132

(43)公開日 平成6年(1994)7月22日

(51)Int.Cl. <sup>3</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H 0 1 L 21/20		8122-4M		
21/324	Z	8617-4M		

審査請求 未請求 請求項の数3(全 5 頁)

(21)出願番号 特願平4-347455

(22)出願日 平成4年(1992)12月28日

(71)出願人 000005049

シャープ株式会社

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

(72)発明者 中谷 喜紀

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

(72)発明者 伊藤 政隆

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

(72)発明者 土本 修平

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

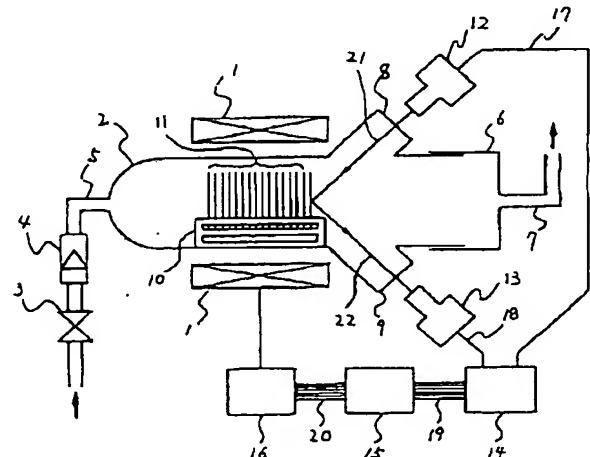
(74)代理人 弁理士 梅田 勝

(54)【発明の名称】 結晶体膜の作製方法及び作製装置

(57)【要約】

【目的】 結晶成長中の処理温度を制御することにより、結晶核生成密度及び結晶成長速度等を制御し、短時間で粒径の大きい結晶体膜を得る。

【構成】 結晶成長に追従して変化する光学定数を測定することにより結晶化の度合を検知し、結晶化の度合に応じて結晶化に必要な供給エネルギーを変化させることにより処理温度を制御する。また、光学定数の測定方法として、分光計測が可能な偏光解析装置をもちいる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基板上に形成した非単結晶体膜を結晶化する方法であって、該基板上の非単結晶体膜の光学定数を測定することにより、該基板上の非単結晶体膜の結晶化の度合を求め、該基板上の非単結晶体膜の結晶化の度合に応じて結晶化に必要なエネルギーを変化させることを特徴とする結晶体膜の作製方法。

【請求項2】 上記光学定数を分光計測が可能な偏光解析装置を用いて測定することを特徴とする請求項1の結晶体膜の作製方法。

【請求項3】 基板上に形成した非単結晶体膜に所定のエネルギーを供給する手段と、該基板上の非単結晶体膜の光学定数を測定する分光計測が可能な偏光解析装置と、該偏光解析装置の出力に追従し、該基板上の非単結晶体膜に供給するエネルギーを制御する装置とからなる結晶体膜作製装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、結晶体膜作製方法で特にガラス等の絶縁性基板上に形成した非単結晶半導体膜を結晶化することにより多結晶半導体膜を作製する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】基板上に化学蒸着法やスパッタ法等により非単結晶体膜を作製したのち、熱、光、X線等のエネルギーを当該非単結晶体膜に供給し、温度上昇により溶解した液相または未溶解であっても固相にて原子の再配列により結晶化させることによって、結晶体膜作製する方法が知られている。一般に、こうした結晶体膜作製方法では、単結晶体膜にすることは非常に困難であることから、多数の結晶粒からなる多結晶体膜となる。多結晶体膜の電気的特性はその結晶粒の大きさ（以下、粒径）に依存することから、結晶化を行う場合、粒径を制御することが重要となる。

【0003】以下、非晶質シリコン膜を加熱処理により結晶化させ多結晶シリコン膜を作製する場合を例に説明する。

【0004】図2は化学蒸着法により膜厚100nm堆積した非晶質シリコン膜をN<sub>2</sub>ガス雰囲気中600℃一定の温度で加熱処理行った試料について、その処理時間を変化に対し、顕微鏡観察を行い結晶化している部分の面積より求めた結晶化率の変化を示した図である。非晶質シリコン膜より、結晶の成長が開始される前の図2中Iで示される過程、結晶粒が成長する図2中IIIで示される過程、結晶粒の成長が完了し粒内の不完全な結合手が結合する図2中IIで示される過程の、各過程を経て多結晶シリコン膜となる。更に、図2では明確に区別することはできないが、顕微鏡による観察で図2中Iで示される過程と図2中IIIで示される過程の間に結晶粒の種となる結晶核が生成される図2中IIで示される過程が存在

(2)

特開平6-204132

2

する。処理温度を上げることにより各過程の進行速度は速くなり、短時間で多結晶シリコン膜を作製することが出来る。しかし、図2中IIで示される過程では処理温度を上げることにより結晶核生成密度は高くなり、多結晶の粒径は核生成密度の逆数で示されることから、最終的な粒径が小さくなる。そこで、図2中IIで示される過程の処理温度のみを変化させることにより粒径を制御することが考えられる。実際、経験的に処理温度と各過程の進行速度の関係を調べておき、前以て各過程の処理時間と処理温度を設定し、処理する方法がある。しかし、図2からも分かるように、図2中Iで示される過程と図2中IIで示される過程の境界、つまり結晶核が発生し始めは不明確であるため、再現性良く処理することは困難である。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】目的とする結晶粒径の多結晶体膜を短時間に作製するためには、各過程に応じた温度で処理すれば良く、これを再現性良く行うためには、非単結晶膜の結晶成長の過程をモニターすることが不可欠で、特に、図2中Iの過程と図2中IIの過程との間の変化を観察できることが重要である。結晶成長過程を観察する方法としては、先に示したように直接顕微鏡で観察する方法があるが、結晶化処理時にその場で観察することは困難である。他に、結晶特有の性質を観察する方法、例えば、結晶が特定の波長または入射角度のX線を反射する性質を利用した観察方法がある。図3は、図2と同じく化学蒸着法により膜厚100nm堆積した非晶質シリコン膜をN<sub>2</sub>ガス雰囲気中600℃一定の温度で加熱処理行った試料について、X線による観察を行いシリコン結晶の(111)軸方向を示すX線の反射強度の変化を示した図である。図2とほとんど同じ変化を示しているが、図2と同様に図2中Iで示される過程と図2中IIで示される過程との境界が明確に区別することはできず、結晶核の発生を検知することはできない。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の結晶体膜の作製方法は、基板上に形成した非単結晶体膜を結晶化する方法であって、該基板上の非単結晶体膜の光学定数を測定することにより、該基板上の非単結晶体膜の結晶化の度合を求め、該基板上の非単結晶体膜の結晶化の度合に応じて結晶化に必要なエネルギーを変化させることを特徴とする。

【0007】好ましくは、非単結晶体膜の結晶成長のモニターとして複屈折率の実数部nおよび虚数部kの値を観察する。そして、nおよびkの値の変化を処理することにより、結晶成長の各過程をその変化を求め、該非単結晶体膜の結晶成長に合わせて結晶成長に必要なエネルギーの供給を制御することにより、処理温度を変化させ各成長過程に最適な温度で効率よく処理する。

【0008】そして好ましくは、上記光学定数を分光計

(3)

特開平6-204132

3

測が可能な偏光解析装置を用いて測定する。

【0009】また、本発明の結晶膜作製装置は、基板上に形成した非単結晶膜に所定のエネルギーを供給する手段と、該基板上の非単結晶膜の光学定数を測定する分光計測が可能な偏光解析装置と、該偏光解析装置の出力に追従し、該基板上の非単結晶膜に供給するエネルギーを制御する装置とからなることを特徴とする。

【0010】

【作用】一般に物質の屈折率は複素数で示され実数部  $n$ 、虚数部  $k$  からなり、非単結晶体が結晶成長する過程において、非単結晶体の状態や結晶部分の割合によって  $n$  および  $k$  の値が連続的に変化する。特に、 $n$  および  $k$  の値は光の波長に依存する値であり、物質の帯間単位幅（エネルギーバンド幅）に相当する光の波長付近で、その値は大きく変化することから、 $n$  および  $k$  の値の光波長依存を観察することにより、結晶成長に伴う帯間単位幅の変化をも観察することが可能となる。

【0011】物質の屈折率を求める方法としては、光の透過または反射を測定することにより求めることが可能である。しかし、測定の対象が膜、特にその厚みが薄い場合には、光の波長との関係から光の干渉が生じるため、透過及び反射を同時に測定する等の処置が必要となる。また、膜の透過を測定する場合には当然のことながらその基板は透明な材料に限定される。これらの問題を解決する方法として偏向解析法（エリブソメトリ）がある。

【0012】偏向解析法は試料表面に斜め入射した光の反射光の偏光状態、より詳しくは、入射面に対して水平方向の偏向の光成分と垂直方向の偏向の光成分のそれぞれの光の位相の変化を測定することにより、試料表面に存在する膜の  $n$  および  $k$  の値を求める方法である。さらに、測定する光の波長を連続的に変化させることにより、 $n$  および  $k$  の値の波長依存性も測定することが可能である。そこで、分光計測が可能な偏向解析装置（分光エリブソメトリ）を用い、非単結晶膜の結晶化の過程を詳細に調べた。

【0013】図4は、図2及び図3と同じく化学蒸着法により膜厚100nm堆積した非晶質シリコン膜を  $N_2$  ガス雰囲気中600℃一定の温度で加熱処理を行った試料について、分光計測が可能な偏向解析装置を用いて測定した結果の一例を示している。この図では、縦軸に結晶化率を用いているが、これは分光計測が可能な偏向解析装置の測定結果より、処理前の非晶質シリコン膜及び結晶化処理完了後の多結晶シリコン膜の屈折率  $n$  および  $k$  の値を基準に用い、各熱処理時間の試料の  $n$  および  $k$  の値が多結晶シリコン膜の値に近づいているかの比率を示したもので、実際の膜中の結晶成分の比率に完全に対応している訳ではない。

【0014】図2および図3と同様に結晶が成長している過程が示されている。さらに図4では図2中Iで示さ

4

れる過程においても変化が示されている。これは、屈折率  $n$  および  $k$  の値は単に結晶化を反映しているだけではなく、非晶質シリコン内の水素の含有量や膜の堆積密度等の物質の変化も反映したものであるためである。そして、図2中IIで示される結晶核が生成される過程が始まる所では逆のこの比率は小さくなっている。この様に、分光計測が可能な偏向解析装置を用いることにより、より詳細に結晶の成長過程の変化が測定できることが発見された。本発明はこの原理を結晶成長の方法に応用したものである。

【0015】

【実施例】図1はこの発明による非単結晶膜の結晶成長法の一実施例を示す結晶成長装置の模式図である。

【0016】加熱ヒータ1内部に石英炉心管2が設置され、その内部に表面に非単結晶膜を別の方法にて形成された基板11及炉心管に対して垂直方向にセットした石英ポート10がおかれる。炉心管2には、キャリアガスとして  $N_2$  ガスがバルブ3および流量計4通り、パイプ5を通じて供給される。排気ガスは炉心管キャップ6に付けられた排気口7を通じて排出される。炉心管2には観察用の窓8及び窓9が付けられ、ハロゲンランプ及びモノクロメータを内蔵した偏光子12より窓8を通じてポート10の最も手前にセットされた基板11の表面に入射光21が照射される。

【0017】入射光21に対して基板11表面で反射した反射光22は窓9を通じて光検出器を内蔵した検光子14にて検出され電気信号に変換される。偏光子及び検光子は電気信号線17及び信号線18れ、さらに、信号処理装置14で処理された信号がデジタルのデータとして信号線19を通じて電子計算機15に送られ、基板11表面の半導体膜の光学定数  $n$  及び  $k$  が計算される。電子計算機15では、随時半導体薄膜の光学定数を求め、記憶し、光学定数の変化を監視し、処理温度を判断し、信号線20を通じて処理温度を制御するための電気信号をヒータ制御器16に送られ、ヒータ制御器16によりヒータ温度が制御されるようになっている。

【0018】上記装置により基板を石英基板としモノシランを原料ガスとした化学蒸着法により膜厚100nm堆積した非晶質シリコン膜を熱処理した例を示す。

【0019】まず、比較例として、従来の方法である一定の温度で処理を行った。図5及び図6は一定の温度で処理した場合のその温度と処理完了時間及び処理完了後の試料を顕微鏡観察し測定した多結晶シリコンの粒径との関係を示した図である。処理温度の上昇に伴い結晶核発生過程での核発生密度が高くなり、結晶粒径が小さくなっているのが図5で示されている。これに対して、処理温度が高くなるに連れて各過程の進行速度が速くなり、処理完了時間が短くなっているのが図6に示されている。

【0020】例えば、650℃一定の温度で処理した場

(4)

特開平6-204132

6

合、結晶の粒径は $0.4\mu\text{m}$ 程度となる。一方、 $580^\circ\text{C}$ 一定の温度で処理した場合、粒径は $1.8\mu\text{m}$ 程度となるが、処理完了までに約20時間を要した。これに対して、電子計算機15に、核発生過程の処理温度を $580^\circ\text{C}$ 、その他の過程を $650^\circ\text{C}$ とするように入力し、また、結晶の各成長過程の経過を判断するため、図4で示した分光計測が可能な偏光解析装置の測定結果より求めた結晶化率のデーターを記憶させ、これと対応して処理するように設定した。

【0021】具体的には、 $650^\circ\text{C}$ で処理を開始し、図4と同じく初め増加していた分光計測が可能な偏光解析装置の測定結果より求めた結晶化率が減少し始めた時点で処理温度を $580^\circ\text{C}$ に変化させた。再び結晶化率が増加し始めた時点で処理温度を $650^\circ\text{C}$ に戻し残りの処理を行った。結晶成長に要した時間は約7時間で顕微鏡の観察結果より粒径 $1.8\mu\text{m}$ の多結晶シリコン膜が得られた。

【0022】

【発明の効果】本発明の結晶膜の作製方法及び結晶膜の作製装置によれば、短時間で粒径の大きな多結晶膜を再現性良く得ることが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例で示す結晶成長装置の模式図である。

【図2】結晶の成長過程を示す説明図である。

【図3】結晶の成長過程を調べる方法の比較例であるX線回折法による測定結果を示す説明図である。

【図4】結晶の成長過程を分光計測可能な偏光解析装置により測定した結果の一例を示す説明図である。

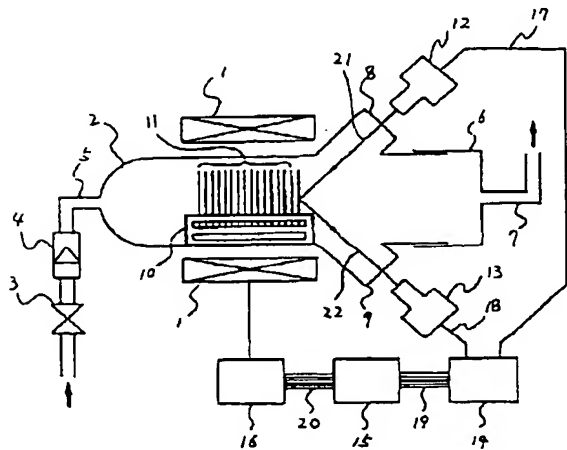
【図5】実施例で示す結晶成長装置を用い従来の方法で結晶成長したときの処理温度と結晶粒径との関係を示した説明図である。

【図6】実施例で示す結晶成長装置を用い従来の方法で結晶成長したときの処理温度と処理完了時間との関係を示した説明図である。

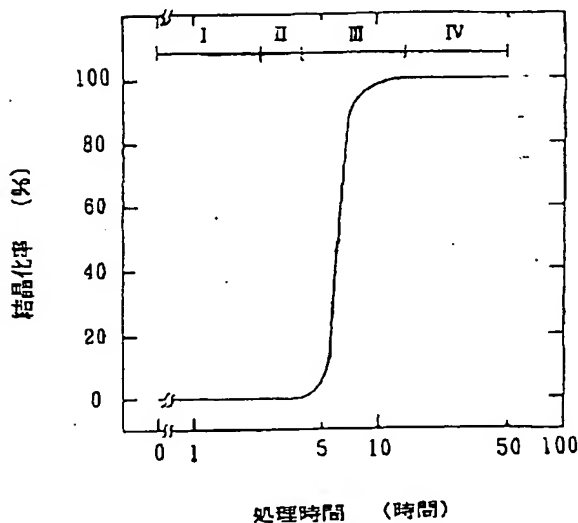
【符号の説明】

1…加熱ヒータ、2…石英炉心管、3…ガスバルブ、4…ガス流量計、5…ガスパイプ、6…炉心管キャップ、7…排気口、8・9…観察窓、10…石英ポート、11…基板、12…偏光子、13…検光子、14…信号処理装置、15…電子計算機、16…ヒータ制御器、17…電気信号線、18・19…デジタル信号線、20…入射光、22…反射光

【図1】



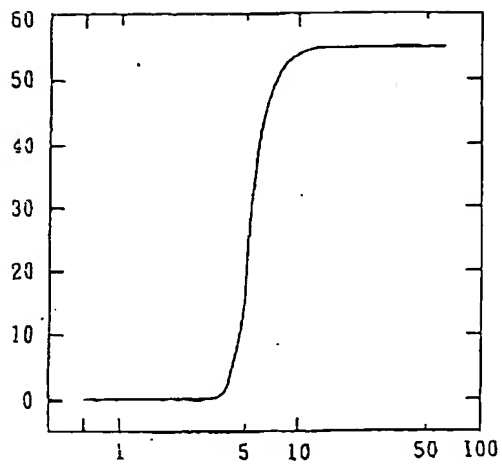
【図2】



(5)

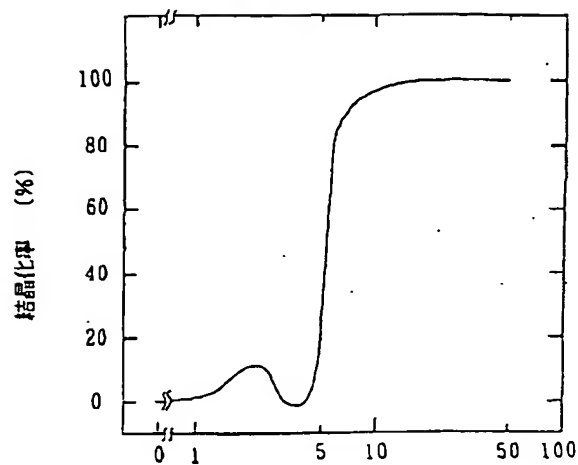
特開平6-204132

【図3】



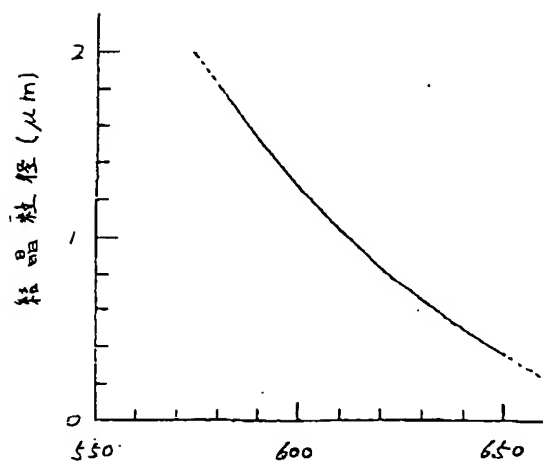
処理時間 (時間)

【図4】



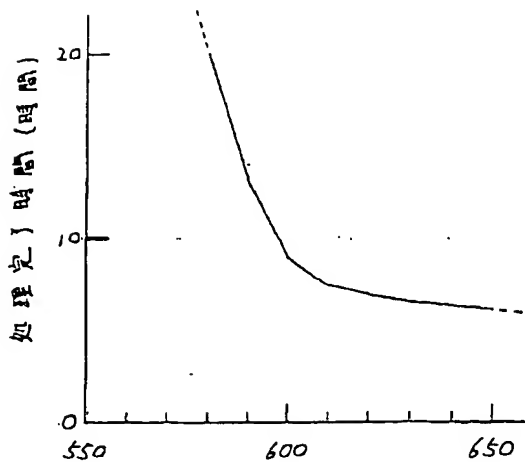
処理時間 (時間)

【図5】



処理温度 (°C)

【図6】



処理温度 (°C)